

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-118664

(43)Date of publication of application : 28.04.1994

(51)Int.CI.

G03G 5/05

G03G 5/05

G03G 5/00

(21)Application number : 04-270505

(71)Applicant : MITSUBISHI KASEI CORP

(22)Date of filing : 08.10.1992

(72)Inventor : MURAYAMA TETSUO

MAEDA SHUICHI

HORIUCHI HIROSHI

MITO KAZUYUKI

SAIDA ATSURO

MAKINO KANAME

## (54) PRODUCTION OF ELECTROPHOTOGRAPHIC SENSITIVE BODY

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To provide the process for manufacture of the positive charged photosensitive body of reverse two-layer constitution which is good in coating productivity and excellent in the uniformity of film thicknesses, forms high-quality images free from image defects and has a high sensitivity and less residual potentials.

**CONSTITUTION:** This process for manufacture of an electrophotographic sensitive body consists in forming a charge generating layer coated with a dispersion prep'd. by dispersing at least a binder and a charge generating material into a soln. contg. an org. solvent on a charge transfer layer provided on a conductive base. Alkanol of  $\leq 185^{\circ}\text{C}$  b. p. having functional groups contg. any of an oxygen atom, nitrogen atom and fluorine atom exclusive of a hydroxyl group is used as the above-mentioned org. solvent.

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-118664

(43)公開日 平成6年(1994)4月28日

| (51)Int.Cl. <sup>6</sup> | 識別記号    | 庁内整理番号  | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|---------|---------|-----|--------|
| G 0 3 G 5/05             | 1 0 2   | 9221-2H |     |        |
|                          | 1 0 3 B | 9221-2H |     |        |
| 5/00                     | 1 0 1   | 9221-2H |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数1(全 9 頁)

|          |                 |         |   |
|----------|-----------------|---------|---|
| (21)出願番号 | 特願平4-270505     | (71)出願人 | 000005968<br>三菱化成株式会社<br>東京都千代田区丸の内二丁目5番2号      |
| (22)出願日  | 平成4年(1992)10月8日 | (72)発明者 | 村山 徹郎<br>神奈川県横浜市緑区鶴志田町1000番地 三<br>菱化成株式会社総合研究所内 |
|          |                 | (72)発明者 | 前田 優一<br>神奈川県横浜市緑区鶴志田町1000番地 三<br>菱化成株式会社総合研究所内 |
|          |                 | (72)発明者 | 堀内 博視<br>神奈川県横浜市緑区鶴志田町1000番地 三<br>菱化成株式会社総合研究所内 |
|          |                 | (74)代理人 | 弁理士 長谷川 曜司                                      |
|          |                 |         | 最終頁に続く  |

(54)【発明の名称】 電子写真感光体の製造方法

(57)【要約】

【構成】 導電性支持体上に設けられた電荷輸送層の上に、少なくともバインダー樹脂と有機溶剤を含む溶液中に電荷発生物質を分散してなる分散液を塗布して電荷発生層を形成する電子写真感光体の製造方法において、有機溶剤として水酸基を除く、酸素原子、窒素原子、フッ素原子のいずれかを含む官能基を有する沸点185°C以下のアルカノールを用いる電子写真感光体の製造方法。

【効果】 塗布生産性が良く膜厚の均一性に秀れ画像欠陥のない高品質の画像であって、高感度で残留電位の小さい逆二層構成の正帯電感光体の製造方法を提供できる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 導電性支持体上に設けられた電荷輸送層の上に、少なくともバインダー樹脂と有機溶剤を含む溶液中に電荷発生物質を分散してなる分散液を塗布して電荷発生層を形成する電子写真感光体の製造方法において、該有機溶剤として水酸基を除く、酸素原子、窒素原子、フッ素原子のいずれかを含む官能基を有する沸点185°C以下のアルカノールを用いることを特徴とする電子写真感光体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

### 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、特定の分散液を用いた電子写真用感光体の製造方法に関し、特に正帯電で使用できる電子写真有機感光体の製造方法に関するものである。

### 【0002】

【従来の技術】 従来、電子写真用感光体として、セレン、セレンーテルル合金、セレン化ヒ素、硫化カドミウム、アモルファスシリコンなどの無機系光導電物質が用いられてきた。近年有機系の光導電物質を感光層に用いる研究開発が盛んになり、特に光を吸収して電荷キャリアを発生する機能と、発生した電荷キャリアを移動させる機能を分離した、電荷発生層及び電荷輸送層からなる積層型の感光体が開発され、研究開発の主流となっている。しかし、従来実用化されている積層型電子写真感光体は電荷発生層の上に電荷輸送層を積層していること、また電荷輸送層が通常正孔移動機能しか持たないため、負に帯電した場合を有し、正帯電下では使用できない。

【0003】 一方、電子写真方法において、感光体の帯電は通常コロナ放電によっておこなわれるが、

1) 負のコロナ放電は正のコロナ放電に比べワイヤー方向に均一な放電をさせることが難しい為、帯電の均一性を得ることが難しい。

2) 使用環境を汚染し衛生上の問題を引き起こし、感光体の劣化の原因ともなるオゾンの発生は、負のコロナ放電のほうが正のコロナ放電に比べてはるかに多い。

3) 従来技術の中心であったセレン系の感光体が正帯電であったことから、この系で使用されているプロセス技術が負帯電の場合に利用できにくい。

等、感光体を負帯電で使用することには不利な点が多数存在する。

【0004】 従って近年、帯電均一性、低オゾン化等に対し非常に有利な正帯電有機系感光体の開発が鋭意進められている。正帯電感光体の具体的な層構成としては、

1. 導電性支持体上に電荷輸送物質及びバインダー樹脂を含有する層中に電荷発生物質を分散させて单一層構成とした、分散型感光体。

2. 導電性支持体上に電荷輸送物質及びバインダー樹脂を主成分とした電荷輸送層、電荷発生物質及びバインダ

ー樹脂を主成分とする電荷発生層をこの順に積層した逆二層感光体等が検討されている。

### 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 逆二層構成の正帯電感光体は、分散型感光体に比較し、帯電性、感度、光応答性などの電気特性の点で優れているが、電荷発生層を電荷輸送層上に塗布する時、電荷輸送層が溶解し膜厚が不均一となり、画像欠陥となって高品質な画像が得られない現象が生じ易いという問題があった。従って、これらを満足すると共に塗布生産性が良く又、高感度で残留電位の小さい逆二層構成の正帯電感光体を製造し得る方法が望まれてきた。

### 【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者等は鋭意検討した結果、感光体塗布時に感光層、特に電荷発生層形成用分散液の溶剤として特定の溶剤を用いることにより、画像欠陥の原因となる電荷輸送層の溶解による感光体膜厚の不均一を防ぎ、電気特性の点でも十分満足できる高品質の画像が得られる正帯電有機感光体を見出して本発明を完成させるに至った。

【0007】 即ち本発明の要旨は、導電性支持体上に設けられた電荷輸送層の上に、少なくともバインダー樹脂と有機溶剤を含む溶液中に電荷発生物質を分散してなる分散液を塗布して電荷発生層を形成する電子写真感光体の製造方法において、該有機溶剤として水酸基を除く、酸素原子、窒素原子、フッ素原子のいずれかを含む官能基を有する沸点185°C以下のアルカノールを用いることを特徴とする電子写真感光体の製造方法に存する。

【0008】 以下、本発明を詳細に説明する。本発明で製造する電子写真感光体は、導電性支持体上に電荷輸送層を設けて更に電荷発生層を積層させる構造をとる。これらの感光層はロールコーティング、ディップコーティング、スプレーコーティング等公知の方法によって導電性支持体上に形成される。

【0009】 導電性支持体としては、種々の公知のものが使用できる。例えば、アルミニウム、銅、ニッケル、ステンレススチール等の金属のドラム；金属箔をラミネート、金属或いは導電性酸化物などを蒸着或いはスパッター、さらに金属微粉末、カーボンブラック、ヨウ化銅、酸化スズ、酸化チタン、酸化インジウム、アルミナなどの導電性物質を必要に応じてバインダーと共に塗布するなどの導電化処理を施したプラスチックフィルム、プラスチックドラム、ガラスドラム、紙などが挙げられる。

【0010】 導電性支持体と感光層の間には通常使用されるような公知のバリア層或いは有機層が設けられても良い。バリア層としては、例えばアルミニウム陽極酸化被膜、酸化アルミニウム、水酸化アルミニウム等の無機層、ポリビニルアルコール、カゼイン、ポリビニルピロリドン、ポリアクリル酸、セルロース類、ゼラチ

ン、デンプン、ポリウレタン、ポリイミド、ポリアミド等の有機層が使用される。

【0011】これらの導電性支持体上に電荷輸送層がもうけられる。電荷輸送層は少なくとも電荷輸送物質とバインダーとを含有する。電荷輸送物質としては電子写真感光体に用いられる種々の公知のものが使用でき、カルバゾール、インドール、イミダゾール、チアゾール、オキサジアゾール、ピラゾール、ピラゾリン等の複素環を有する化合物；フェニルアミン、ジフェニルアミン、トリフェニルアミン等のアニリン誘導体；ヒドラゾン誘導体；スチルベン誘導体；あるいはこれらの化合物からなる基を主鎖あるいは側鎖に有する重合体等の電子供与性物質があげられる。特に好ましい物質として、ヒドラゾン誘導体、アニリン誘導体、スチルベン誘導体が挙げられる。

【0012】電荷輸送物質とともに使用されるバインダー樹脂としては種々の公知の樹脂が使用できる。ポリカーボネート樹脂、ポリエステル樹脂、ポリアリレート樹脂、アクリル樹脂、メタクリレート樹脂、スチレン樹脂、シリコーン樹脂などの熱可塑性樹脂や硬化性の樹脂が使用できる。とくに摩耗、傷の発生の少ないポリカーボネート樹脂、ポリアクリレート樹脂、ポリエステル樹脂が好ましい。ポリカーボネート樹脂のビスフェノール成分としてはビスフェノールA、ビスフェノールC、ビスフェノールZ等の公知の種々の成分が使用出来る。

【0013】電荷輸送物質とバインダー樹脂の配合比率は、樹脂100重量部に対して例えば20～200重量部、好ましくは40～150重量部の範囲で配合される。電荷輸送層の形成のためには、常法に従って、上記の成分を適当な溶剤中に溶解し、必要に応じバインダー樹脂増感染料、電子供与性化合物、電子受容性化合物あるいは可塑剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、レペリング剤などの添加剤を添加して得られる塗布液を導電性支持体上に塗布、乾燥し、製造することができ、電荷輸送層の膜厚としては通常5～50μm、好ましくは10～40μmで使用される。

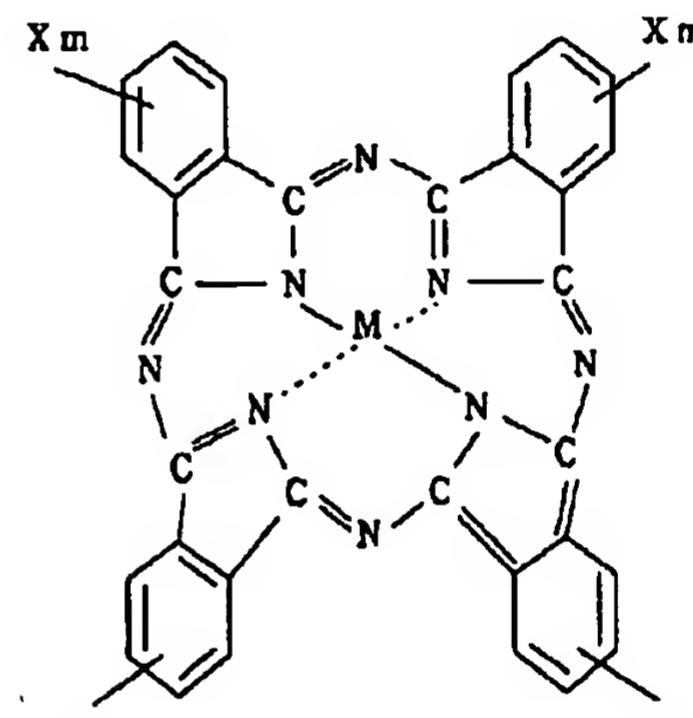
【0014】塗布液調製用の溶剤としては例えはベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類；アセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサン、シクロペントノン等のケトン類；テトラヒドロフラン、ジオキサン、ジメトキシメタン、ジメトキシエタン、ジグライム等のエーテル類；四塩化炭素、クロロホルム、塩化メチレン、ジクロロエタン、トリクロロエチレン、クロルベンゼン等のハロゲン化炭化水素類；N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド等のアミド類；ジメチルスルホキシド；4-メトキシ-4-メチルペントノン-2等がある。これらの溶剤は単独として、或いは混合して使用しても良い。

【0015】本発明においては、導電性支持体上に設け

られた電荷輸送層の上に電荷発生層が設けられる。電荷発生層は少なくとも電荷発生物質とバインダーとを含有する。電荷発生物質としては、無機、有機種々の電荷発生物質の粒子が使用できる。例えば、無機系の電荷発生物質としては無定形セレン、セレン-テルル合金、三方晶セレン、三セレン化ヒ素等のセレンを主成分とした各種合金材料；硫化カドミウム、セレン化カドミウム等のII-VI族化合物半導体材料；無定形シリコン、水素化シリコン等公知の材料が微粒子の状態で使用される。又、有機系の電荷発生物質として公知のフタロシアニン顔料、ペリレン顔料、多環キノン類、キナクリドン顔料、インジゴ顔料、スクアリリウム塩、アゾ顔料などが使用できる。なかでもフタロシアニン顔料、アゾ顔料がより好ましい材料として使用できる。フタロシアニン顔料として、下記一般式で書かれるものが例示できる。

【0016】

【化1】

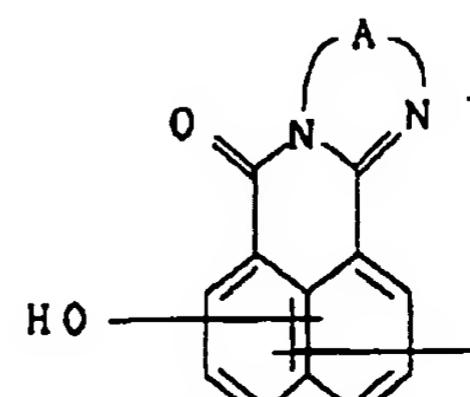


【0017】上記Mの金属成分としてCu, Fe, Mg, Si, Ge, Sn, Pb, In, Ga, Al, Ti等の原子を含有するフタロシアニン、水素原子が2ヶ付加した無金属フタロシアニンなどがあげられる。Xとしては、水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ニトロ基、シアノ基、ハロゲン原子などがあげられ、mは0から4の整数をあらわす。

【0018】上記アゾ顔料としては種々のものがあげられるが、ナフタリン環等の芳香族縮合環をカップラー成分とするアゾ顔料が好ましく、より好ましい材料として下記一般式で示されるカップラー成分を少なくとも1個有するモノアゾ顔料、ビスマゾ顔料、トリスアゾ顔料その他ポリアゾ顔料があげられる。

【0019】

【化2】



【0020】但し、式中Aは芳香族炭化水素の2価基。

または窒素原子を環内に含む複素環の2価基を示す。本発明において使用される電荷発生層のバインダー樹脂を溶解させる溶剤は下地の電荷輸送層を溶解せず膜厚が不均一にならないものを用いることが重要である。もし電荷輸送層を溶解させる溶剤を使用すると、塗布工程中あるいは塗布工程後の乾燥時等に電荷輸送層が、電荷発生層の分散液の溶剤により溶解浸食されて著しく膜厚が不均一となり、この膜厚の不均一が画像欠陥としてあらわれる。甚だしい場合には導電性支持体の露出に至ることもある。

【0021】従って電荷輸送層を溶解せず膜厚が不均一にならない溶剤として、水酸基を除く、酸素原子、窒素原子、フッ素原子のいずれかを含む官能基を有する沸点185°C以下のアルカノールを使用することが好ましい。ここで分子内に酸素原子を含む官能基としては、エーテル基、カルボニル基、エステル基などが挙げられ、これらの官能基を有するアルカノールとしては、例えば、2-メトキシエタノール、2-エトキシエタノール、2-ブトキシエタノール、テトラヒドロフルフリルアルコール等のエチレングリコールモノアルキルエーテル類、酢酸2-ヒドロキシエチル、プロピオン酸2-ヒドロキシエチル、ヒドロキシ酢酸メチル、乳酸メチル、乳酸エチル等のエステル類、ジアセトンアルコール、3-ヒドロキシ-3-メチル-2-ブタノン等のケトンアルコールなどが挙げられる。

【0022】分子内に窒素原子を含む官能基としてはアミノ基が挙げられ、アルカノールの例としてはジメチルアミノエタノール、ジエチルアミノエタノール等が挙げられる。分子内にフッ素原子を含む官能基としては、各種のフルオロアルキル基が挙げられる。これらの官能基を有するアルカノールとしては、例えば $\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_2$ 、 $\text{CH}_2\text{OH}$ 、 $\text{F}(\text{CF}_2)_4$ 、 $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ 、 $\text{H}(\text{CF}_2)_4$ 、 $\text{CH}_2\text{OH}$ 、 $\text{H}(\text{CF}_2)_2$ 、 $\text{CH}_2\text{OH}$ 、 $\text{F}(\text{CF}_2)_5$ 、 $\text{CH}_2\text{OH}$ 、 $\text{F}(\text{CF}_2)_3$ 、 $\text{CH}_2\text{OH}$ 、 $\text{F}(\text{CF}_2)_4$ 、 $\text{CH}_2\text{OH}$ などが挙げられる。更に前述の水酸基を除く、O、N、F原子のいずれを含む官能基の内2個以上の官能基を有するアルカノールも用いることが出来る。これらの例としては、乳酸メトキシエチル、乳酸トリフルオロメトキシエチル、 $\text{H}(\text{CF}_2)_4$ 、 $\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ 等が挙げられる。

【0023】これら水酸基を除く、酸素原子、窒素原子、フッ素原子のいずれかを含む官能基を有するアルカノールの沸点としては185°C以下のものが好ましく、より好ましくは165°C以下である。従って多数の官能基を有し分子量の大きなアルカノールの沸点は上記の値より高くなり塗布、乾燥の点で好ましくない。上記のアルカノールは単独あるいは混合して使用することができる。又種々のアルコールと混合しても良く、これらのアルコールと本発明で特徴とするアルカノールの比率は重量比で5対100ないし100対5の範囲が好ましい。

【0024】これらのアルカノールに可溶なバインダー樹脂としては、ポリビニルアセトアセタール、ポリビニルプロピオナール、ポリビニルブチラール、ポリビニルペントナール等のポリビニルアセタール樹脂及びこれらの共重合体、フェノキシ樹脂、ポリアミド樹脂、フェノール樹脂、ウレタン樹脂、セルロースエステル、セルロースエーテル、エポキシ樹脂及びこれらの共重合体、混合物等が挙げられる。

【0025】電荷発生物質とバインダー樹脂との配合比は通常重量比で100対10ないし5対100の範囲が好ましく、また電荷発生層には例えば2、4、7-トリニトロフルオレノン、テトラシアノキノジメタンなどの電子受容性物質、カルバゾール、インドール、イミダゾール、オキサゾール、ピラゾール、オキサジアゾール、ピラゾリン、チアジアゾールなどの複素化合物、アニリン誘導体、ヒドラゾン化合物、芳香族アミン誘導体、スチルベン誘導体、或いはこれらの化合物からなる基を主鎖もしくは側鎖に有する重合体などの電子供与性物質が混合されていても良い。これらの電子受容性物質又は電子供与性物質と電荷発生物質の比率は重量比で50対1ないし1対100の範囲が好ましい。

【0026】電荷発生層の形成のためには常法に従つて、バインダー樹脂と前記アルカノールとの溶液中に電荷発生物質を分散してなる分散液を電荷輸送層の上に塗布、乾燥し製造することができる。この分散液には必要に応じて、電荷輸送物質、酸化防止剤、増感剤等の各種添加剤、成膜性を改良するための公知の可塑剤、残留電位を抑制するための添加剤、分散安定性向上のための分散補助剤、塗布性を改善するためのレベリング剤、界面活性剤、例えば、シリコーンオイル、フッ素系オイルその他の添加剤を添加することができる。電荷発生層の膜厚は通常0.1~10μmになるように形成する。

【0027】また、少なくともバインダー樹脂、電荷輸送物質及び水酸基を除く、酸素原子、窒素原子、フッ素原子のいずれかを含む官能基を有する沸点185°C以下のアルカノールからなる溶液中に電荷発生物質を分散してなる分散液を導電性支持体あるいはバリア層上に塗布し单層型感光体とすることも可能である。この場合感光層内に分散される電荷発生物質の量は少なすぎると十分な感度が得られず、多すぎると帯電性の低下、感度の低下などの弊害があり、例えば好ましくは0.5~50重量%の範囲で、より好ましくは1~20重量%の範囲で使用される。感光層の膜厚は通常5~50μm、より好ましくは10~40μmで使用される。

【0028】前記分散液を用いることにより塗布層と導電性支持体あるいはバリア層との濡れ性が良好であり、塗布欠陥のない均一な膜厚の感光層を容易に形成できる。

【0029】

【発明の効果】本発明により導電性支持体上に設けられ

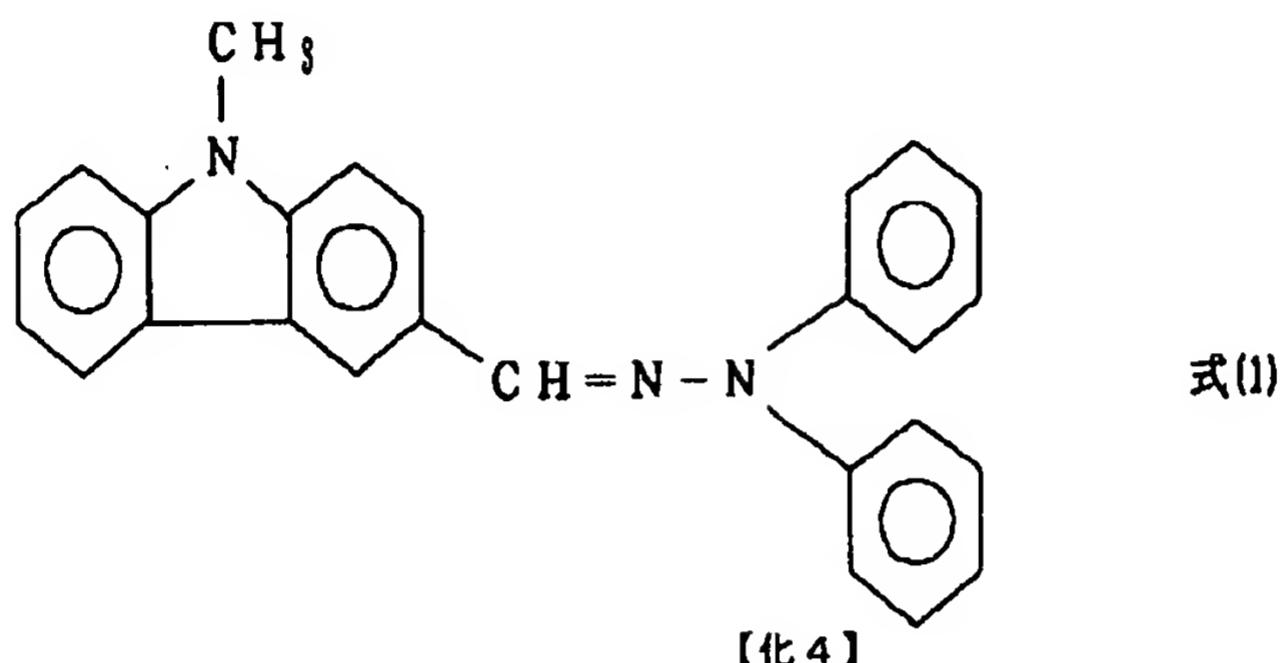
た電荷輸送層上に電荷発生層を塗布形成する際の塗布生産性が良く膜厚の均一性に秀れ画像欠陥のない高品質の画像であって、高感度で残留電位の小さい逆二層構成の正帯電感光体の製造方法を提供できる。

#### 【0030】

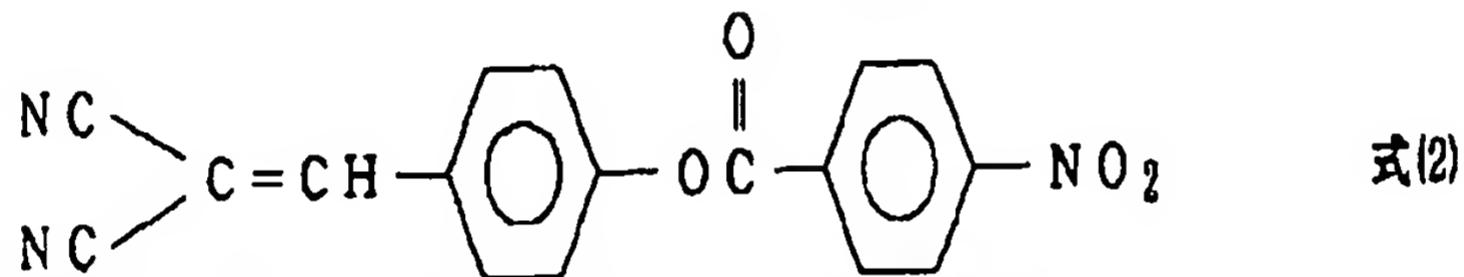
【実施例】以下、本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明はその要旨を越えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。

#### 実施例1

アルミニウム押出し管を、しごき加工により、肉厚0.75mm、外径30mm、長さ246mmのアルミニウムシリンダーを作製した。



#### 【0033】



【0034】一方、X線回折スペクトルにおいてプラック角( $\pm 0.2^\circ$ ) $27.3^\circ$ に主たるピークを有するオキシチタニウムフタロシアニン10重量部に乳酸メチル200重量部を加え、サンドグラインドミルで10時間粉碎、微粒化分散処理を行った。次にバインダー樹脂としてポリビニルブチラール（電気化学工業（株）製、商品名デンカブチラール#-6000）を5重量部含む10%乳酸メチル溶液と混合し分散液を作製した。

【0035】次にこの分散液に、先に作製した電荷輸送層を塗布したアルミニウムシリンダーを浸漬塗布し、乾燥後の膜厚が0.2μmとなるように電荷発生層を設けた。この様にして作製した感光体を感光体特性測定機に装着して、初期700Vに帶電させて、780nmの露光を与えた時の感度と残留電位を測定した。この結果を以後の実施例の値と共に表1に示す。感度及び残留電位共に、良好であった。又、この感光体を、正帯電用に改造した市販のレーザープリンターPC-406LM（日本電気製）に取り付け評価した結果、欠陥の無い良好な画像が得られた。

#### 【0036】実施例2

実施例1で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、 $\text{H}(\text{CF}_2)_4\text{CH}_2\text{OH}$ を用いた以外は全て実施例1と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感度残留電位共に良好であり、欠陥の無い良好な

【0031】このアルミニウムシリンダーに平均膜厚1μmの陽極酸化被膜を形成した後、封孔処理を行い水洗し乾燥した。次にこのアルミニウムシリンダーを、次式(1)に示すヒドラゾン化合物70重量部および次式(2)に示すシアノ化合物1.5重量部およびポリカーボネート樹脂（三菱化成（株）製ノバレックス7030A）100重量部を、1,4-ジオキサン1000重量部に溶解させた液に浸漬塗布し、乾燥後の膜厚が1.7μmとなるように電荷輸送層を設けた。

#### 【0032】

#### 【化3】

画像が得られた。

#### 【0037】実施例3

実施例1で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、 $\text{H}(\text{CF}_2)_4\text{CH}_2\text{OH}$ を用いた以外は全て実施例1と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感度残留電位共に良好であり、欠陥の無い良好な画像が得られた。

#### 【0038】実施例4

実施例1で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、3-ヒドロキシ-3-メチル-2-ブタノンを用いた以外は全て実施例1と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感度残留電位共に良好であり、欠陥の無い良好な画像が得られた。

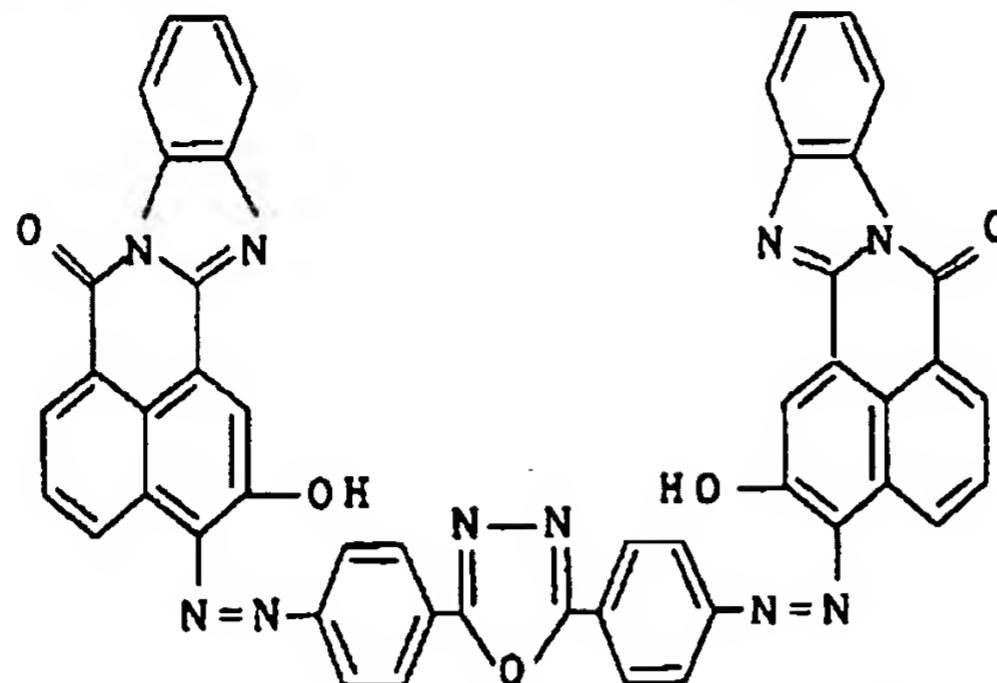
#### 【0039】実施例5

実施例1で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、2-メトキシエタノールを用いた以外は全て実施例1と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感度残留電位共に良好であり、欠陥の無い良好な画像が得られた。

#### 【0040】実施例6

実施例1で用いたオキシチタニウムフタロシアニン10重量部の替りに、式(3)に示すアゾ化合物10重量部と、式(1)に示すヒドラゾン化合物10重量部とを使用した以外は実施例1と全く同様に感光体を作製し、そ

の特性を評価した結果、感度、残留電位共に良好であり、欠陥のない良好な画像が得られた。



#### 【0042】実施例7

実施例2で用いたオキシチタニウムフタロシアニン10重量部の替りに、式(3)に示すアゾ化合物10重量部と、式(1)に示すヒドラゾン化合物10重量部とを使用した以外は実施例2と全く同様に微粒化分散処理を行い同様に感光体を作製し、その特性を評価した結果、感度、残留電位共に良好であり、欠陥のない良好な画像が得られた。

#### 【0043】実施例8

実施例3で用いたオキシチタニウムフタロシアニン10重量部の替りに、式(3)に示すアゾ化合物10重量部と、式(1)に示すヒドラゾン化合物10重量部とを使用した以外は実施例3と全く同様に感光体を作製し、その特性を評価した結果、感度、残留電位共に良好であり、欠陥のない良好な画像が得られた。

#### 【0044】実施例9

実施例4で用いたオキシチタニウムフタロシアニン10重量部の替りに、式(3)に示すアゾ化合物10重量部と、式(1)に示すヒドラゾン化合物10重量部とを使用した以外は実施例4と全く同様に感光体を作製し、その特性を評価した結果、感度、残留電位共に良好であり、欠陥のない良好な画像が得られた。

#### 【0045】実施例10

実施例5で用いたオキシチタニウムフタロシアニン10重量部の替りに、式(3)に示すアゾ化合物10重量部と、式(1)に示すヒドラゾン化合物10重量部とを使用した以外は実施例5と全く同様に感光体を作製し、その特性を評価した結果、感度、残留電位共に良好であり、欠陥のない良好な画像が得られた。

#### 【0046】実施例11

実施例1で用いたオキシチタニウムフタロシアニン10重量部の替りに、式(4)に示すアゾ化合物10重量部と、式(1)に示すヒドラゾン化合物10重量部とを使用した以外は実施例1と全く同様に感光体を作製し、その特性を評価した結果、感度、残留電位共に良好であり、欠陥のない良好な画像が得られた。

#### 【0047】

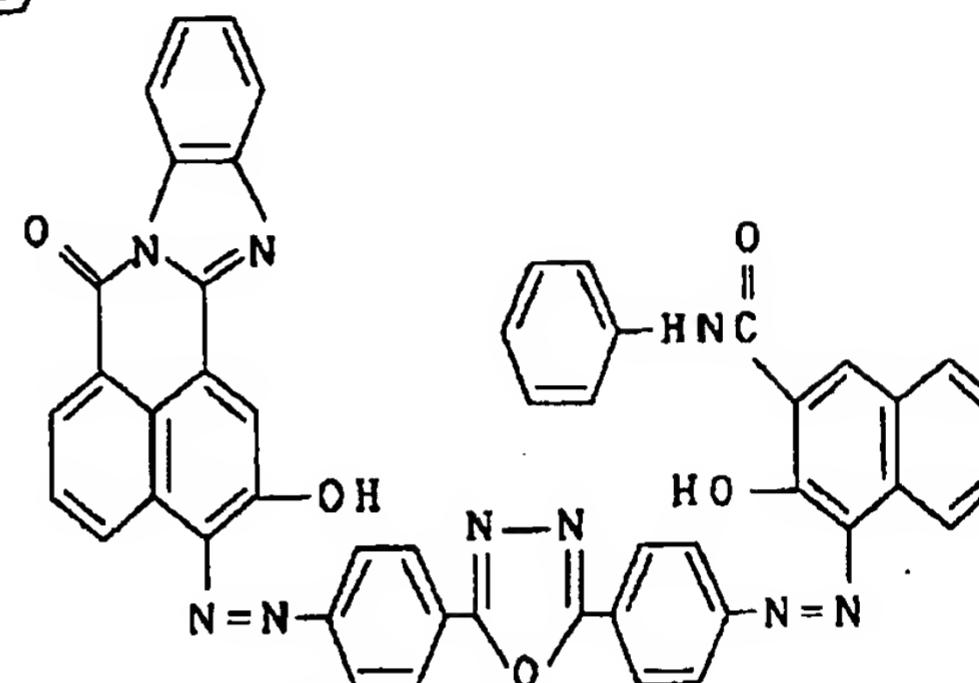
#### 【化6】

#### 【0041】

#### 【化5】



式(3)



#### 【0048】実施例12

実施例2で用いたオキシチタニウムフタロシアニン10重量部の替りに、式(4)に示すアゾ化合物10重量部と、式(1)に示すヒドラゾン化合物10重量部とを使用した以外は実施例2と全く同様に感光体を作製し、その特性を評価した結果、感度、残留電位共に良好であり、欠陥のない良好な画像が得られた。

#### 【0049】実施例13

実施例3で用いたオキシチタニウムフタロシアニン10重量部の替りに、式(4)に示すアゾ化合物10重量部と、式(1)に示すヒドラゾン化合物10重量部とを使用した以外は実施例3と全く同様に感光体を作製し、その特性を評価した結果、感度、残留電位共に良好であり、欠陥のない良好な画像が得られた。

#### 【0050】実施例14

実施例4で用いたオキシチタニウムフタロシアニン10重量部の替りに、式(4)に示すアゾ化合物10重量部と、式(1)に示すヒドラゾン化合物10重量部とを使用した以外は実施例4と全く同様に感光体を作製し、その特性を評価した結果、感度、残留電位共に良好であり、欠陥のない良好な画像が得られた。

#### 【0051】実施例15

実施例5で用いたオキシチタニウムフタロシアニン10重量部の替りに、式(4)に示すアゾ化合物10重量部と、式(1)に示すヒドラゾン化合物10重量部とを使用した以外は実施例5と全く同様に感光体を作製し、その特性を評価した結果、感度、残留電位共に良好であり、欠陥のない良好な画像が得られた。

#### 【0052】実施例16

実施例1で用いた電荷発生層の分散液のバインダー樹脂として更に、フェノキシ樹脂（ユニオンカーバイト社製PKHH）を5重量部添加した以外は全て実施例1と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感度、残留電位共に、良好で欠陥の無い良好な画像が得られた。

#### 【0053】実施例17

実施例2で用いた電荷発生層の分散液のバインダー樹脂として更に、フェノキシ樹脂（ユニオンカーバイト社製PKHH）を5重量部添加した以外は全て実施例2と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感度、残留電位共に、良好で欠陥の無い良好な画像が得られた。

#### 【0054】実施例18

実施例3で用いた電荷発生層の分散液のバインダー樹脂として更に、フェノキシ樹脂（ユニオンカーバイト社製PKHH）を5重量部添加した以外は全て実施例3と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感度、残留電位共に、良好で欠陥の無い良好な画像が得られた。

#### 【0055】実施例19

実施例4で用いた電荷発生層の分散液のバインダー樹脂として更に、フェノキシ樹脂（ユニオンカーバイト社製PKHH）を5重量部添加した以外は全て実施例4と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感度、残留電位共に、良好で欠陥の無い良好な画像が得られた。

#### 【0056】実施例20

実施例5で用いた電荷発生層の分散液のバインダー樹脂として更に、フェノキシ樹脂（ユニオンカーバイト社製PKHH）を5重量部添加した以外は全て実施例5と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感度、残留電位共に、良好で欠陥の無い良好な画像が得られた。

#### 【0057】比較例1

実施例1で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、1, 4ジオキサンを用いた以外は全て実施例1と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感光体ドラム表面に亀の甲状の塗布ムラが目視され、著しく膜厚が不均一であり、これらの表面欠陥が画像上にそのまま反映され著しい画像欠陥となった。膜厚が不均一のために、電気特性は安定に測定ができなかった。

#### 【0058】比較例2

実施例1で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、1, 2ジメトキシエタンを用いた以外は全て実施例1と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感光体ドラム表面に亀の甲状の塗布ムラが目視され、著しく膜厚が不均一であり、これらの表面欠陥が画像上にそのまま反映され著しい画像欠陥となった。膜厚

が不均一のために、電気特性は安定に測定ができなかった。

#### 【0059】比較例3

実施例1で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、1, 2ジクロロエタンを用いた以外は全て実施例1と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感光体ドラム表面に亀の甲状の塗布ムラが目視され、著しく膜厚が不均一であり、これらの表面欠陥が画像上にそのまま反映され著しい画像欠陥となった。膜厚が不均一のために、電気特性は安定に測定ができなかった。

#### 【0060】比較例4

実施例1で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、テトラヒドロフランを用いた以外は全て実施例1と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感光体ドラム表面に亀の甲状の塗布ムラが目視され、著しく膜厚が不均一であり、これらの表面欠陥が画像上にそのまま反映され著しい画像欠陥となった。膜厚が不均一のために、電気特性は安定に測定ができなかった。

#### 【0061】比較例5

実施例6で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、1, 4ジオキサンを用いた以外は全て実施例6と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感光体ドラム表面に亀の甲状の塗布ムラが目視され、著しく膜厚が不均一であり、これらの表面欠陥が画像上にそのまま反映され著しい画像欠陥となった。膜厚が不均一のために、電気特性は安定に測定ができなかった。

#### 【0062】比較例6

実施例6で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、1, 2ジメトキシエタンを用いた以外は全て実施例6と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感光体ドラム表面に亀の甲状の塗布ムラが目視され、著しく膜厚が不均一であり、これらの表面欠陥が画像上にそのまま反映され著しい画像欠陥となった。膜厚が不均一のために、電気特性は安定に測定ができなかった。

#### 【0063】比較例7

実施例6で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、1, 2ジクロロエタンを用いた以外は全て実施例6と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感光体ドラム表面に亀の甲状の塗布ムラが目視され、著しく膜厚が不均一であり、これらの表面欠陥が画像上にそのまま反映され著しい画像欠陥となった。膜厚が不均一のために、電気特性は安定に測定ができなかった。

#### 【0064】比較例8

実施例6で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、テトラヒドロフランを用いた以外は全て実施例6と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感光体ドラム表面に亀の甲状の塗布ムラが目視され、著

しく膜厚が不均一であり、これらの表面欠陥が画像上にそのまま反映され著しい画像欠陥となった。膜厚が不均一のために、電気特性は安定に測定ができなかった。

#### 【0065】比較例 9

実施例11で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、1,4ジオキサンを用いた以外は全て実施例11と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感光体ドラム表面に亀の甲状の塗布ムラが目視され、著しく膜厚が不均一であり、これらの表面欠陥が画像上にそのまま反映され著しい画像欠陥となった。膜厚が不均一のために、電気特性は安定に測定ができなかった。

#### 【0066】比較例 10

実施例11で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、1,2ジメトキシエタンを用いた以外は全て実施例11と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感光体ドラム表面に亀の甲状の塗布ムラが目視され、著しく膜厚が不均一であり、これらの表面欠陥が画像上にそのまま反映され著しい画像欠陥となった。膜厚が不均一のために、電気特性は安定に測定ができなかった。

#### 【0067】比較例 11

実施例11で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、1,2ジクロロエタンを用いた以外は全て実施例11と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感光体ドラム表面に亀の甲状の塗布ムラが目視され、著しく膜厚が不均一であり、これらの表面欠陥が画像上にそのまま反映され著しい画像欠陥となった。膜厚が不均一のために、電気特性は安定に測定ができなかった。

#### 【0068】比較例 12

実施例11で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、テトラヒドロフランを用いた以外は全て実施例11と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感光体ドラム表面に亀の甲状の塗布ムラが目視され、著しく膜厚が不均一であり、これらの表面欠陥が画像上にそのまま反映され著しい画像欠陥となった。膜厚が不均一のために、電気特性は安定に測定ができなかった。

#### 【0069】比較例 13

実施例16で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、1,4ジオキサンを用いた以外は全て実施例16と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感光体ドラム表面に亀の甲状の塗布ムラが目視され、著しく膜厚が不均一であり、これらの表面欠陥が画像上にそのまま反映され著しい画像欠陥となった。膜厚が不均一のために、電気特性は安定に測定ができなかった。

#### 【0070】比較例 14

実施例16で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、1,2ジメトキシエタンを用いた以外は全て実施例16と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感光体ドラム表面に亀の甲状の塗布ムラが目視され、著しく膜厚が不均一であり、これらの表面欠陥が画像上にそのまま反映され著しい画像欠陥となった。膜厚が不均一のために、電気特性は安定に測定ができなかった。

#### 【0071】比較例 15

実施例16で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、1,2ジクロロエタンを用いた以外は全て実施例16と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感光体ドラム表面に亀の甲状の塗布ムラが目視され、著しく膜厚が不均一であり、これらの表面欠陥が画像上にそのまま反映され著しい画像欠陥となった。膜厚が不均一のために、電気特性は安定に測定ができなかった。

#### 【0072】比較例 16

実施例16で用いた電荷発生層の分散溶剤の乳酸メチルの替りに、テトラヒドロフランを用いた以外は全て実施例16と同様にして感光体を作製し、同様に評価した結果、感光体ドラム表面に亀の甲状の塗布ムラが目視され、著しく膜厚が不均一であり、これらの表面欠陥が画像上にそのまま反映され著しい画像欠陥となった。膜厚が不均一のために、電気特性は安定に測定ができなかった。

#### 【0073】

【表1】

表 1

| 実施例 | 暗電位 (V) | 感 度                     | 残留電位 (V) | 画像評価 |
|-----|---------|-------------------------|----------|------|
| 1   | 700     | 0.15 μJ/cm <sup>2</sup> | 20       | 欠陥なし |
| 2   | 700     | 0.14 μJ/cm <sup>2</sup> | 15       | 欠陥なし |
| 3   | 700     | 0.16 μJ/cm <sup>2</sup> | 19       | 欠陥なし |
| 4   | 700     | 0.15 μJ/cm <sup>2</sup> | 17       | 欠陥なし |
| 5   | 700     | 0.15 μJ/cm <sup>2</sup> | 21       | 欠陥なし |
| 6   | 700     | 1.42 lux. sec           | 15       | 欠陥なし |
| 7   | 700     | 1.39 lux. sec           | 18       | 欠陥なし |
| 8   | 700     | 1.42 lux. sec           | 19       | 欠陥なし |
| 9   | 700     | 1.41 lux. sec           | 20       | 欠陥なし |

|    |     |                               |    |      |
|----|-----|-------------------------------|----|------|
| 10 | 700 | 1. 38 lux. sec                | 25 | 欠陥なし |
| 11 | 700 | 1. 07 lux. sec                | 30 | 欠陥なし |
| 12 | 700 | 1. 02 lux. sec                | 25 | 欠陥なし |
| 13 | 700 | 1. 10 lux. sec                | 28 | 欠陥なし |
| 14 | 700 | 1. 12 lux. sec                | 32 | 欠陥なし |
| 15 | 700 | 1. 09 lux. sec                | 35 | 欠陥なし |
| 16 | 700 | 0. 16 $\mu$ J/cm <sup>2</sup> | 18 | 欠陥なし |
| 17 | 700 | 0. 15 $\mu$ J/cm <sup>2</sup> | 15 | 欠陥なし |
| 18 | 700 | 0. 15 $\mu$ J/cm <sup>2</sup> | 20 | 欠陥なし |
| 19 | 700 | 0. 14 $\mu$ J/cm <sup>2</sup> | 18 | 欠陥なし |
| 20 | 700 | 0. 15 $\mu$ J/cm <sup>2</sup> | 20 | 欠陥なし |

フロントページの続き

(72)発明者 水戸 和行

神奈川県横浜市緑区鶴志田町1000番地 三  
菱化成株式会社総合研究所内

(72)発明者 齋田 敦朗

神奈川県横浜市緑区鶴志田町1000番地 三  
菱化成株式会社総合研究所内

(72)発明者 牧野 要

神奈川県横浜市緑区鶴志田町1000番地 三  
菱化成株式会社総合研究所内